

die eine glatte, röhre Oberfläche aufweist. Das Verfahren zu seiner Herstellung soll umweltfreundlich sein, eine hohe Prozessstabilität aufweisen und kostengünstig sein. Insbesondere soll auch ein Verbundkörper, dessen Träger aus Stahl besteht, geschaffen werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe, ein Verbundkörper, mit den Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst. Das Verfahren zu seiner Herstellung wird nach den Merkmalen des Anspruchs 6 gelöst. Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen des Verbundkörpers und des Herstellungsverfahrens sind in den Ansprüchen 2 bis 5 bzw. 7 bis 9 beschrieben.

Für die Fachwelt überraschend wurde gefunden, einen Verbundkörper mit einer äußeren Schicht aus vollständig kristallinem $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ herzustellen, auch wenn dessen Träger während der Abschmelzung einer Schicht eine Temperatur von maximal 700 °C nicht überschreitet. Es wurde dabei weiterhin festgestellt, daß bereits eine Temperatur von 550 °C ausreicht, um besagte Schicht abzuschmelzen. Die Al_2O_3 -Schicht enthält typischerweise einen Anteil von maximal 1 at% Argon. Andere Verunreinigungen lassen sich mit gebräuchlichen Analyseverfahren wie Elektronenstrahl-Mikroanalyse (ESMA) nicht nachweisen. Die Kristallgröße beträgt typischerweise 0,5-2 µm. Die Eigenschaften des Verbundkörpers sind weitgehend identisch, wenn besagte Al_2O_3 -Schicht nicht aus schließlich in der α -Phase vorliegt, sondern teilweise aus texturierten γ - Al_2O_3 besteht. Für diese Schichten wird eine geringere Kristallgröße beobachtet, vorzugsweise 0,05-0,1 µm. Die Ausbildung der beschriebenen kristallinen Phasen, insbesondere die Ausbildung reiner α - Al_2O_3 -Schichten, schließt im Widerspruch zu den bis dahin allgemein anerkannten thermodynamisch begründeten Bildungsbedingungen für diese Phase zu stehen. Danach wäre eine Aktivierungsenergie für die Bildung von α - Al_2O_3 erforderlich, die nur oberhalb einer Temperatur von 1000 °C aufgebracht werden kann. Offensichtlich bewirkt das erfindungsgemäße Verfahren durch eine nicht im einzelnen verstandene zusätzliche Aktivierung der Komponenten Aluminium und Sauerstoff im Plasma einen nennenswerten zusätzlichen Beitrag zur notwendigen Aktivierungsenergie.

Außer den materialspezifischen Eigenschaften von α - Al_2O_3 sind die angegebene Bemessung der Druckeigenspannungen und die genannten Kristallgrößen für die hohe Härte der äußeren Schicht des Verbundkörpers verantwortlich. Die geeignete Bemessung der Druckeigenspannung gewährleistet, daß kein vorzeitiges Versagen der Schicht durch mechanische Rißbildung bei abrasiver Belastung des Verbundkörpers auftritt. Andererseits können die Druckeigenspannungen so klein gehalten werden, daß die Haftung der Al_2O_3 -Schicht auf dem Träger problemlos erreicht werden kann. Das gilt insbesondere, wenn der Träger mit einer oder mehreren Oberflächenschichten, die als Zwischenschichten vor dem Abschmelzen der Al_2O_3 -Schicht aufgebracht worden sind, versehen ist. Als Zwischen-

schichten eignen sich vorteilhafterweise bekannte Hartstoffschichten wie TiN, (Ti,Al)N oder TiC.

Es kann auch zweckmäßig sein, den Träger zunächst mit einer oder mehreren Schichten aus Metallen der Gruppe Ti, Zr, Cr, Al, Nb, Hf, W und/oder Verbindungen dieser Metalle in Form von Oxiden, Nitriden, Oxyhydriden, Carbiden oder Carbonitriden zu versehen, der dann als Träger für die Al_2O_3 -Schicht dient.

Ist der Verbundkörper als Werkzeug für die spannde Bearbeitung als Bohrer, Fräser, Feile oder Raummeißel ausgebildet, so besteht der Träger aus HSS-Stahl. In diesem Anwendungsfall ist die Al_2O_3 -Schicht als äußere Schicht 1 bis 12 µm dick und an den Schmiedekanten vorzugsweise 5 µm dick.

Ist der Verbundkörper ein Umformwerkzeug, so besteht sein Träger aus Werkzeugstahl und trägt eine äußere Al_2O_3 -Schicht von 1 bis 20 µm Dicke, die jedoch vorzugsweise 5 µm dick ist. In dieser Ausformungsform weist der Verbundkörper einen geringen Reibungskoeffizienten und hohe mechanische Beständigkeit auf.

Werden an den Verbundkörper vor allem hohe Anforderungen an Härte, mechanischen Verschleißwiderstand, Transparenz und/oder geringere Reibungskoeffizienten der Oberfläche gestellt, ist es auch je nach Einsatzgebiet möglich, den Träger aus Aluminium oder einer Aluminiumlegierung herzustellen.

Weitere Einsatzgebiete für die erfindungsgemäßen Verbundkörper sind Bauteile für Führungsbahnen oder Gleit- und Lagerelemente, die einem komplexen mechanisch-abrasiven und chemisch-korrosiven Angriff ausgesetzt sind. Dabei wirkt sich ebenfalls der niedrige Reibungskoeffizient sehr vorteilhaft aus.

Die erfindungsgemäßen Verbundkörper können auch dem Angriff heftiger und/oder chemisch aggressiver Medien widerstehen und finden deshalb in der Energietechnik- und Antriebstechnik Verwendung.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung des Verbundkörpers nutzt in vorteilhafter Weise bekannte Grundverfahren und Einrichtungen zur Abscheidung elektrisch isolierender Verbindungs-schichten durch Magnetron-Zerstäubung ohne Anwendung einer HF-Erregung. Das pulsformig erregte Plasma sichert die Stabilität des Zerstäubungsprozesses trotz des hohen Isolationsvermögens von Al_2O_3 -Schichten und verhindert Prozessstörungen durch elektrische Überschläge. Das vorgeschlagene Prinzip ermöglicht die Anwendung einer so hohen Abschleiderate und Plasmadichte in der Puls-Ein-Zeit, daß offenbar die vermutete Plasmaaktivierung bei der Schichtbildung des kristallinen α - Al_2O_3 erreicht wird. Unverzichtbares Verfahrensmerkmal ist die ebenfalls pulsformig wechselweise Beanspruchung der sich bildenden Schicht mit negativen und positiven Ladungsträgern der angegebenen Mindeststromdichte.

Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens nutzt Einrichtungen mit unipolar gepulstem Plasma unter Verwendung eines im reaktiven Gas zerstäubten Al-Targets.

Eine weitere, besonders vorteilhafte Ausgestaltung nutzt die Doppelanordnung zweier Al-Targets, die durch eine bipolare (Wechsel-)Spannung gespeist werden und bei der die Al-Targets im Wechsel Kathode und Anode beim Magnetron-Zerstäuben bilden.

Die Einstellung des Sauerstoffgehaltes im Plasma wird durch geometrische Bedingungen der Zerstäubungsapparatur beeinflusst und muß deshalb experimentell ermittelt werden. Der notwendige Sauerstoffgehalt ist, offenbar wegen der erhöhten Temperatur des zu beschichtenden Trägers, wesentlich höher, als es nach der allgemeinen Praxis zur Abscheidung stöchiometrischer Aluminiumoxid-Schichten ein-gestellt werden muß. Damit ist eine stärkere Bedeckung der Al-Targets mit Al_2O_3 verbunden. Im dynamischen Gleichgewicht zwischen der Bildung von Al_2O_3 auf dem Target und seiner Wiederverstäubung wird eine weitere Ursache dafür gesehen, daß sich in der Dampfphase Molekül-Bruchstücke befinden, die eine Voraussetzung für die Bildung kristalliner Phasen bei den verfahrens-spezifisch niedrigen Temperaturen des Trägers sind.

Beide Verfahrensvarianten werden vorteilhaft unter Einwirkung einer Wechselspannung am Träger, einer sogenannten Puls-Bias-Spannung, ausgeführt. Die Einstellung der erfindungsgemäßen Werte für Druckeigenspannung und Härte der Al_2O_3 -Schicht auf dem Träger erfolgt durch Anpassung dieser Spannung. Die Begrenzung der Temperatur auf 700 °C, vorzugsweise jedoch auf 550 °C bei der Herstellung des Verbundkörpers hat weitreichende Auswirkungen auf die Eigenschaften des Verbundkörpers. Besteht der Träger z.B. aus einem HSS-Stahl, so wird durch die Begrenzung der Temperatur auf maximal 550 °C die Vielzahl der vorteilhaften Werkstoff- und Bearbeitungseigenschaften beibehalten. Die direkte Abscheidung der thermodynamisch stabilen α - Al_2O_3 -Phase ohne nachträgliche Phasenumwandlung ist der Grund für die völlige Rißfreiheit des Verbundkörpers. Auch Al_2O_3 -Schichten mit einem großen Anteil an γ - Al_2O_3 zeigen keinerlei Rißbildung, wenn sie nachträglich oder bei ihrem Einsatz erwärmt werden.

An einem Ausführungsbeispiel sollen der erfindungsgemäße Verbundkörper und das Verfahren zu seiner Herstellung näher erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung zeigen:

Fig. 1: eine beispielhafte Ausführungsform des Verbundkörpers als Sägeblatt ohne Beschichtung,

Fig. 2: einen Schnitt durch einen beschichteten Verbundkörper,

Fig. 3: ein Ergebnis der Röntgenstrukturanalyse der äußeren Oberflächenschicht und des Trägers aus einem Eisenwerkstoff

Ein Träger 1 aus gehärtetem Werkzeugstahl in Form eines Kreissägeblattes ist in einem bekannten Vakuumbeschichtungsprozeß mit einer Schicht 2 aus Ti(C,N)_x versehen. Eine Bohrung 3 dient zum Einspan-

nen des Trägers 1 während der weiteren Prozessschritte zur Herstellung des Verbundkörpers sowie zum Einspannen während des Gebrauchs als Werkzeug. Im Bereich der Sägezähne 4 beträgt die Schichtdicke der Schicht 2 etwa 6±1 µm sowohl auf den Flanken 5 als auch auf deren Flächen 6. In Richtung zur Bohrung 3 fällt die Schichtdicke monoton ab. Der Träger 1 mit der Schicht 2 bilden gemeinsam den Grundkörper, auf dem eine im Vakuum abgeschiedene Al_2O_3 -Schicht 7 aufgebracht ist. Die Al_2O_3 -Schicht 7 hat im Bereich der Flächen 5 und der Flächen 6 eine Dicke von 4±1 µm. Ihre Schichtdicke fällt ebenfalls in Richtung zur Bohrung 3 monoton ab. Merkmalbestimmend für den Verbundkörper ist, daß er während der Abschmelzung der Al_2O_3 -Schicht 7 einer Maximaltemperatur von 500 °C ausgesetzt worden ist und daß die Al_2O_3 -Schicht 7 vollständig kristallin ist.

Fig. 3 zeigt das Ergebnis der Röntgenstrukturanalyse der Al_2O_3 -Schicht 7 und des Trägers 1. Es wurde mit einem Röntgendiffraktometer und Cu K α -Strahlung gewonnen. Als Abszisse ist der Netzebenenabstand d bzw. der Glanzwinkel 2 θ dargestellt. Als Ordinate ist die Intensität der Interferenzen aufgetragen. Es lassen sich die Interferenzlinien der α - Al_2O_3 -Phase und der γ - Al_2O_3 -Phase erkennen. Weitere metastabile Phasen sind nicht vorhanden.

Weitere Merkmale der Al_2O_3 -Schicht 7 sind eine Mindest-Druckeigenspannung von 1 GPa (im Beispiel wurde der Bereich der Druckeigenspannung zu 3,0 ± 0,5 GPa bestimmt) sowie eine hohe Härte von 21 GPa. Diese Größe wird durch Mikrohärteprüfung HV 0,01 bestimmt. Eine Elektronenstrahl-Mikroanalyse zeigt einen Argon-Gehalt von (0,3 ± 0,1) at% in der Al_2O_3 -Schicht 7 sowie das Fehlen weiterer Verunreinigungen mit einer Konzentration oberhalb der Nachweisgrenze dieses Verfahrens. Der Verbundkörper zeigt eine hervorragende Haftfestigkeit der Oberflächenschichten, eine verglichen mit CVD-Schichten sehr geringe mittlere Rauheit und einen Reibungskoeffizienten gegen Stahl von weniger als 0,15. Auf Grund seiner Eigenschaften wird der Verbundkörper als hochleistungsfähiges Schneidwerkzeug bei der spanenden Bearbeitung von Stählen mit unterbrochenen und kontinuierlichem Schnitt verwendet. Im Vergleich zu herkömmlichen Schneidwerkzeugen zeichnet er sich durch eine höhere Belastbarkeit und eine deutlich erhöhte Gebrauchsdauer (Standweg) aus.

Das Verfahren zur Herstellung des Verbundkörpers wird wie folgt ausgeführt: Der Träger, der aus Werkzeugstahl und einer darauf aufgetragenen Ti(C,N)_x-Schicht besteht, wird nach der Reinigung in eine Vakuumbeschichtungsanlage eingebracht und in bekannter Weise in einer Niederdruck-Glimmentladung durch einen Ätzprozeß vorbehandelt. Durch einen leistungsfähigen Strahlungsheizer im Inneren der Vakuumbeschichtungsanlage wird eine Temperatur des Trägers von 500 °C eingestellt und konstant gehalten. Für die Abscheidung der Al_2O_3 -Schicht wird der Träger unter Nutzung der Bohrung auf rotierenden, stabförmigen Aufnahmen

zweier gemeinsam wirkender Al-Targets, die jeweils als Kathode und Anode einer Magnetron-Zerstäubungseinrichtung geschaltet werden, aufgebracht wird.

5

8. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Al_2O_3 -Schicht durch Zerstäuben eines Al-Targets einer Magnetron-Zerstäubungseinrichtung aufgebracht wird.

10

9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß besagte Zwischenschichten ebenfalls durch Vakuumbeschichtung, insbesondere durch Magnetron-Zerstäubung aufgebracht werden.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

6

schichtungsprozeß aufgebracht ist, dadurch gekennzeichnet, daß auf dem Träger (1) die Al_2O_3 -Schicht (7) bei maximal 700 °C, vorzugsweise 550 °C, vollständig kristallin aufgebracht ist und aus der $\alpha-Al_2O_3$ -Phase und gegebenenfalls der $\gamma-Al_2O_3$ -Phase mit einer (440)-Textur besteht, eine Druckeigenspannung von mindestens 1 GPa und eine Härte von mindestens 20 GPa hat, und daß in der Al_2O_3 -Schicht (7) mit Ausnahme von Argon keine nennenswerten Verunreinigungen eingelegt sind.

2. Vakuumbeschichteter Verbundkörper nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine zwischen der Al_2O_3 -Schicht (7) und dem Träger (1) aufgetragene Schicht (2) aus einem Metall und/oder einer Metallverbindung aus der Gruppe Ti, Zr, Cr, Al, Nb, Hf, W besteht.

3. Vakuumbeschichteter Verbundkörper nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallverbindungen Oxide, Nitride, Oxinitride, Carbide oder Carbonitride sind.

4. Vakuumbeschichteter Verbundkörper nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Al_2O_3 -Schicht (7) eine Dicke von 1 bis 20 µm, vorzugsweise 3 µm hat.

5. Vakuumbeschichteter Verbundkörper nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß auf dem Träger (1) neben der äußeren Al_2O_3 -Schicht (7) weitere Schichten aus Al_2O_3 im Wechsel mit Schichten aus Metallen der Gruppe Ti, Zr, Cr, Al, Nb, Hf, W und/oder Verbindungen dieser Metalle aufgebracht sind.

6. Verfahren zur Herstellung eines vakuumbeschichteten Verbundkörpers, indem auf dem Träger aus Metall oder einer Metalllegierung mindestens eine Schicht im Vakuum aufgebracht wird und dabei die äußere Schicht aus Al_2O_3 durch reaktives Magnetron-Zerstäuben aufgebracht wird, nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Al_2O_3 -Schicht durch gepulste Magnetronzerstäubung bei Zuführung von sauerstoffhaltigem Gas aufgebracht wird, daß die Pulsfrequenz auf 20 bis 100 kHz, vorzugsweise 50 kHz, eingestellt wird, daß mit einer Zerstäubungsrate von mindestens 1 mm/s, bezogen auf einen stationär angeordneten Träger, abgedehnt wird und daß ein pulsformiger im Wechsel von positiven und negativen Ladungsträgern getragener Strom mit einer mittleren Stromdichte von mindestens 1 mA/cm² und einer Pulswechselfrequenz von mindestens 5 kHz auf den Träger auftrifft.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Al_2O_3 -Schicht durch Zerstäuben

gehalten, wobei der Abstand zwischen je zwei Trägern 30 mm beträgt. Durch planetarische Bewegung wird erreicht, daß alle zu beschichtenden Flächen des Trägers dem schichtbildenden Teilchenstrom ausgesetzt werden. Zur Erzeugung des Teilchenstromes dient eine Anordnung von zwei Magnetron-Zerstäubungsquellen mit Aluminium-Targets, die mit einem leistungsfähigen speziellen Sinusgenerator derart verbunden sind, daß mit einer Pulswechselfrequenz von 50 kHz beide Zerstäubungsquellen im Wechsel als Anode und Kathode der Zerstäubungsanordnung wirken. In der Vakuumbeschichtungsanlage wird ein Druck von 0,1 Pa eingestellt. Das Gas besteht aus Argon und einem Anteil von etwa 25 at% Sauerstoff. Zur Einstellung eines stabilen Betriebes der Zerstäubungsanordnung und der genauen Justierung des Sauerstoff-Anteils werden die Magnetron-Zerstäubungsquellen zunächst in reinem Argon-Gas gezündet und dann der Sauerstoff-Gehalt so weit erhöht, bis sich ein vorgegebener Punkt in der Strom-Spannungs-Kennlinie und vorgegebene, mittels optischer Spektroskopie kontrollierte Linienintensitäten ergeben. Bei einer in die Magnetron-Zerstäubungsquellen eingespeisten elektrischen Leistung von 30 kW wird eine Abscheiderate für Al_2O_3 erreicht, die einem Wert von 8 mm/s auf einem fest angeordneten Träger entspricht. Die sich bildende Al_2O_3 -Schicht ist dem intensiven Puls-Plasma in der Umgebung der Magnetron-Zerstäubungsquellen ausgesetzt. Der kürzeste Abstand zwischen den bewegten Trägern und den Targets der Magnetron-Zerstäubungsquellen beträgt 30 mm. Die Träger sind weiterhin an ihrer Bohrung elektrisch leitend mit den Aufnahmen verbunden. Die Aufnahmen werden während des Abscheidens der Al_2O_3 -Schicht mit einer Sinus-Wechselspannungsquelle mit einer Frequenz von 10 kHz derart zusammengeschaltet, daß sich eine effektive Wechselspannung von ± 40 V gegenüber dem Plasma und ein pulsierender Strom wechselnder Polarität einstellt, der einem Ladungsträgerstrom mit einer mittleren Stromdichte von 1,2 mA/cm² entspricht, bezogen auf die aufwachsende Al_2O_3 -Schicht. Der Beschichtungsprozeß zur Abscheidung der Al_2O_3 -Schicht zeichnet sich trotz des hohen elektrischen Isolationsvermögens der Al_2O_3 -Schichten, die sich auf allen inneren Wandungen der Vakuumbeschichtungsanlage abscheiden, durch eine hohe Langzeitstabilität aus. Nach Erreichen der vorgegebenen Dicke der Al_2O_3 -Schicht werden die Magnetron-Zerstäubungsquellen ausgeschaltet. Nach Abkühlung der beschichteten Träger werden diese der Vakuumbeschichtungsanlage entnommen. Die beschichteten Verbundkörper stehen ohne weitere thermische Nachbehandlungprozesse für ihren Einsatz bereit.

Patentansprüche

1. Vakuumbeschichteter Verbundkörper, bestehend aus einem Träger aus Metall oder einer Metalllegierung, auf dem mindestens eine Schicht, als die äußere Schicht, aus Al_2O_3 in einem Vakuumbe-

5

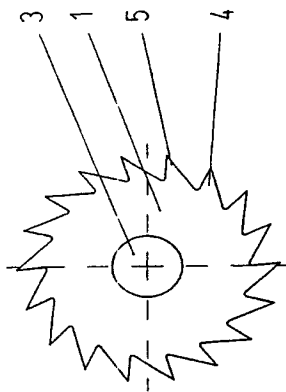


Fig. 1

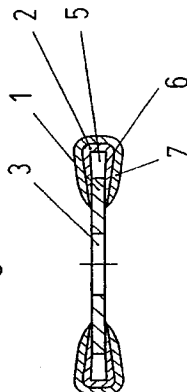


Fig. 2

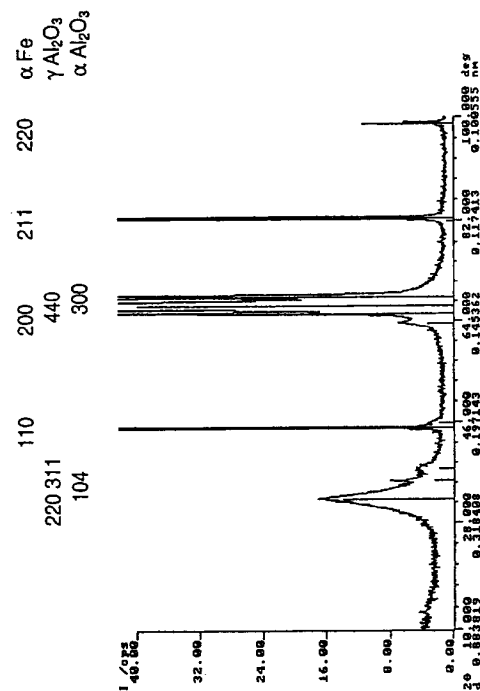


Fig. 3